

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Degussa AG**Geschäftsbereich Anorganische Chemieprodukte**

✉ D-60287 Frankfurt am Main

Weißfrauenstraße 9

D-60311 Frankfurt am Main

Telefon (069) 2 18-01

Telex 4 1222-0 dg d

Telefax (069) 2 1832 18

Degussa 

Ein Teil der zentralen Forschung, Produktentwicklung und Anwendungstechnik der Degussa in der Degussa-Zweigniederlassung Wolfgang, Hanau-Wolfgang.
Freigegeben durch den Regierungspräsidenten in Darmstadt durch Nr. 1099/86.



SCHRIFTENREIHE PIGMENTE

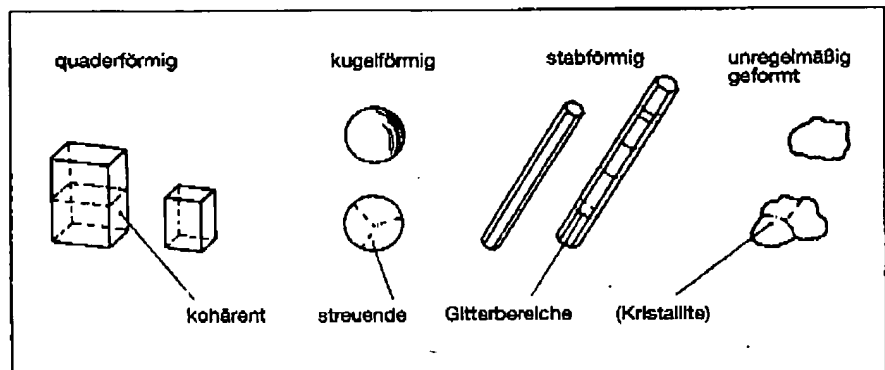
Grundlagen von AEROSIL®

Nummer 11

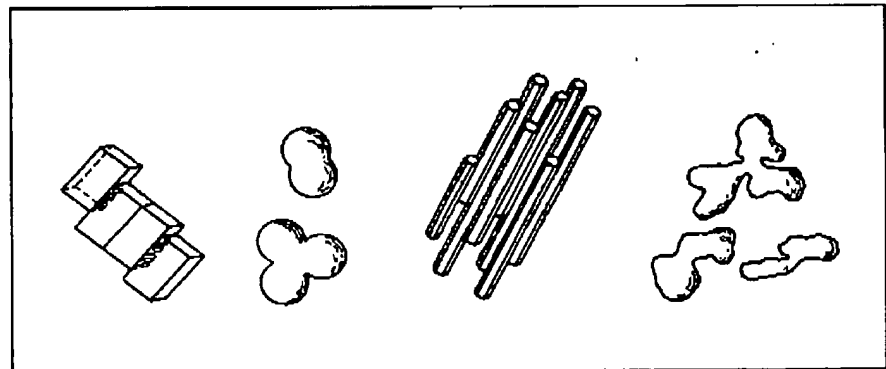
Degussa 



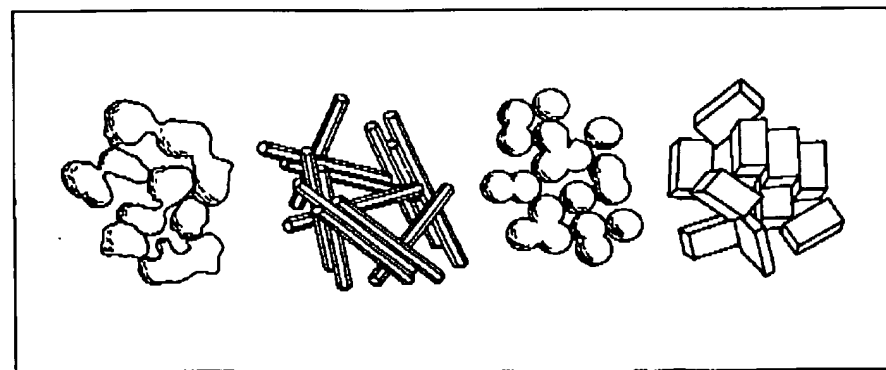
Abbildung 16: Definition der Begriffe Primärteilchen, Aggregate und Agglomerate nach DIN 53208 Blatt 1 (August 1972)



Primärteilchen:
kleinste erkennbare Individuen



Aggregate:
flächig oder kantenförmig aneinander grenzende Primärteilchen; in der Regel nicht weiter abbaubar



Agglomerate:
punktförmig aneinander liegende Aggregate und/oder Primärteilchen

3.2.1

Teilchengröße und Struktur

Die AEROSIL-Primärteilchen sind sehr klein; die Größenordnung liegt im Bereich von wenigen Nanometern und ist somit kaum vorstellbar. Ein Gedankenexperiment soll dies verdeutlichen: Könnte man einen normalen Fußball bis zur Größe unserer Weltkugel aufblähen, dann hätte ein AEROSIL-Primärteilchen unter gleichen Bedingungen etwa die Größe des Fußballs.

Dennoch ist ein AEROSIL-Primärteilchen aus ca. 10 000 SiO_2 -Einheiten aufgebaut, da der Si-Si-Abstand wie unter 3.1 beschrieben nur ca. 0,31 nm beträgt (32).

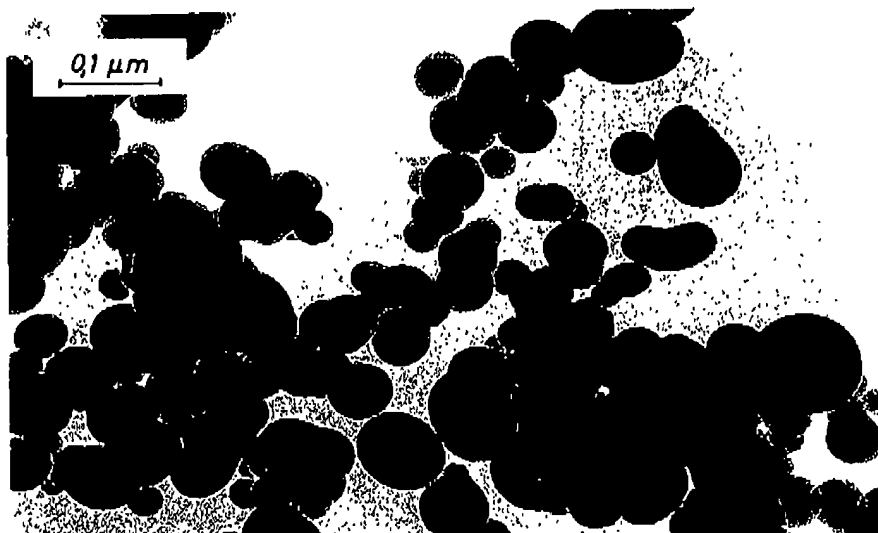


Abbildung 17: TEM-Aufnahme von AEROSIL OX 50

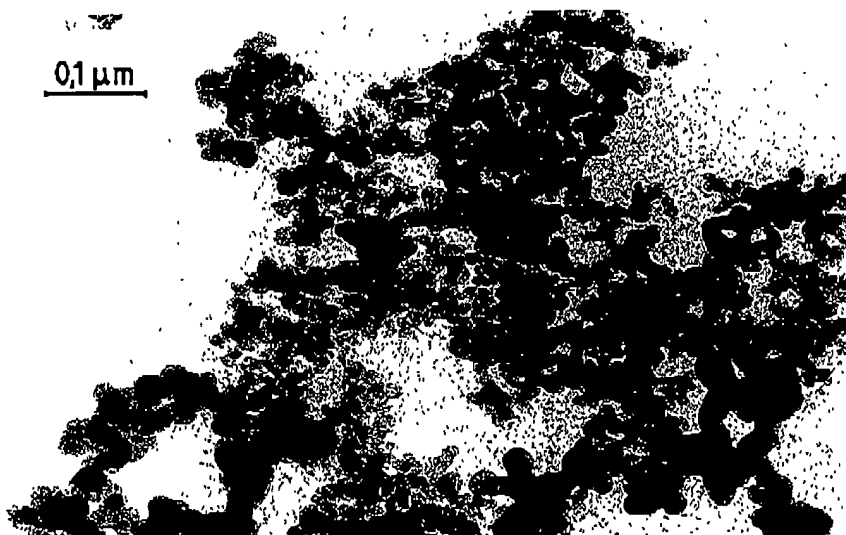


Abbildung 18: TEM-Aufnahme von AEROSIL 130

Aufgrund der Teilchenfeinheit ist die Elektronenmikroskopie die einzige direkte Methode zur Ermittlung der Gestalt und Größe dieser Partikel. Die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) bietet eine hervorragende Auflösung ($< 0,2 \text{ nm}$), Vergrößerung bis zu ca. 2 000 000:1, vermittelt aber nur einen zweidimensionalen Eindruck. Kugelige Teilchen erscheinen somit als runde Scheibchen. Details hierzu bringt die Ausgabe Nummer 60 dieser Schriftenreihe Pigmente.

Die Abbildungen 17 bis 20 zeigen TEM-Aufnahmen von AEROSIL OX 50, AEROSIL 130, AEROSIL 200 bzw. AEROSIL 380.

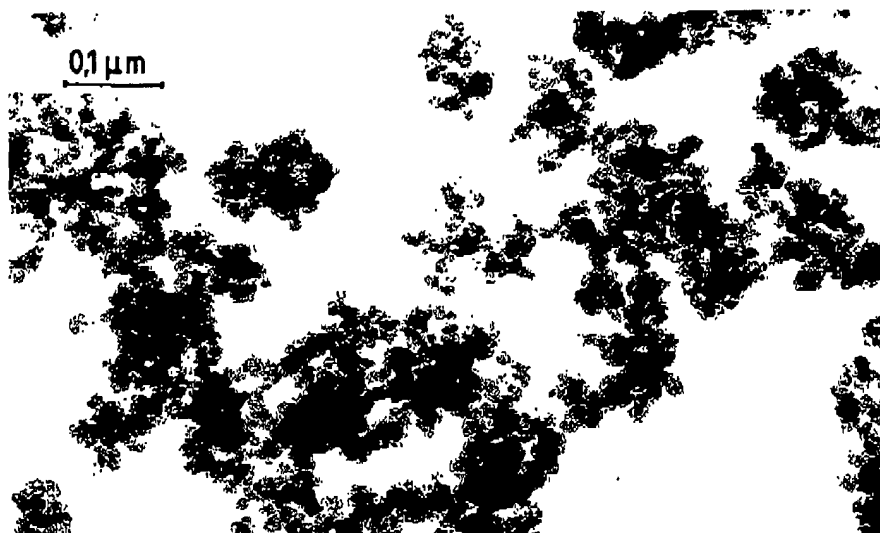


Abbildung 19: TEM-Aufnahme von AEROSIL 200

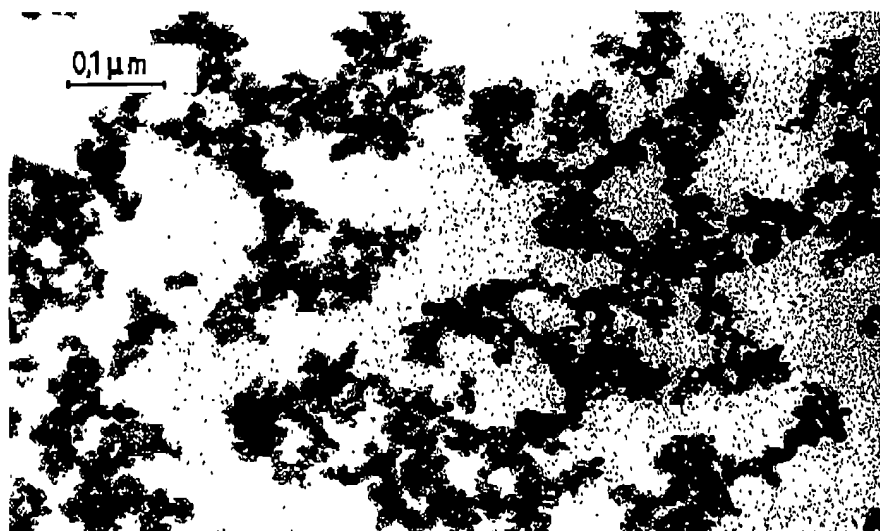


Abbildung 20: TEM-Aufnahme von AEROSIL 380

Aus den TEM-Aufnahmen lassen sich wichtige Informationen ableiten:

- AEROSIL ist aus zahlreichen nahezu kugelförmigen Primärteilchen aufgebaut.
- Die Primärteilchen bilden ein lockeres Netzwerk; sie liegen praktisch nicht isoliert vor (einzige Ausnahme zum Teil bei AEROSIL OX 50).
- Je kleiner die Primärteilchen sind, desto stärker ist die Aggregat/Agglomerat-Bildung ausgeprägt. Besonders Abbildung 20 zeigt, daß sich die AEROSIL-Primärteilchen oft kettenförmig aneinander reihen.
- Innerhalb einer AEROSIL-Type haben nicht alle Primärteilchen exakt die gleiche Größe.
- Die einzelnen AEROSIL-Typen unterscheiden sich deutlich in der Primärteilchengröße: die mittlere Primärteilchengröße reicht je nach Type von 7 bis 40 nm.

Die Teilchengrößenverteilung der einzelnen AEROSIL-Typen ist in Abbildung 21 dargestellt. AEROSIL-Typen mit einer hohen BET-Oberfläche zeigen dabei sehr kleine Schwankungsbreiten in der Größenverteilung. Nach SEIBOLD und VOLL kann dieser Sachverhalt durch empirische Verteilungsfunktionen beschrieben werden (33).

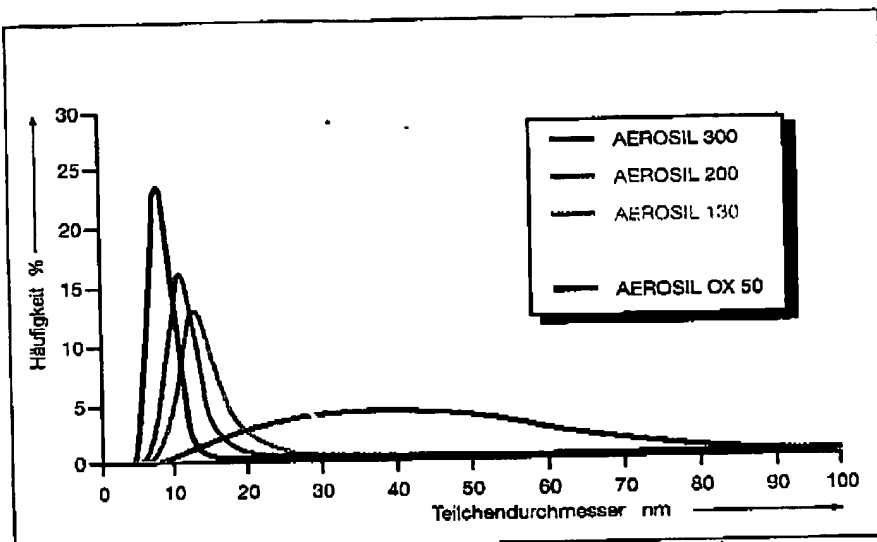


Abbildung 21: Primärteilchengrößen-Verteilungskurven verschiedener AEROSIL-Typen. Hierbei ist zu berücksichtigen, daß die Häufigkeit von der Klassenbreite abhängt; AEROSIL 300 und AEROSIL 200 haben nahezu identische Verteilungskurven

Für anwendungstechnische Belange ist die Dispergierbarkeit von AEROSIL in den meisten Fällen von entscheidender Bedeutung.

Naturgemäß ist auf Grund der größeren Aggregation bzw. Agglomeration die Dispergierbarkeit bei Vorliegen kleinerer Primärteilchen schwieriger. Beispielsweise ist AEROSIL 130 leichter zu dispergieren als AEROSIL 200 und dieses wiederum leichter als AEROSIL 300. Ferner bietet hydrophobes AEROSIL im Vergleich zum hydrophilen AEROSIL bezüglich der Dispergierbarkeit deutliche Vorteile. Dieser Sachverhalt ist in **Abbildung 22** dargestellt. Die TEM-Aufnahmen zeigen, daß die Netzwerkstruktur beispielsweise an AEROSIL R 972 weniger ausgeprägt ist als beim hydrophilen Basismaterial AEROSIL 130.

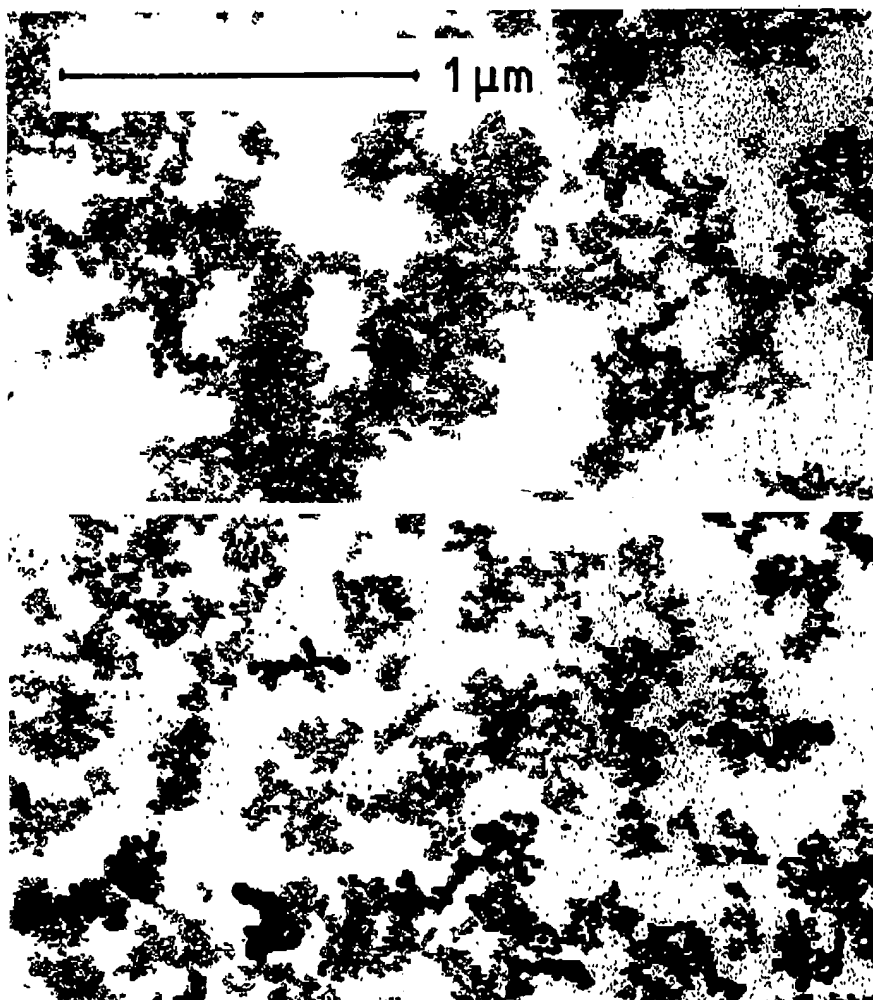


Abbildung 22: TEM-Aufnahmen von AEROSIL 130 (oben, hydrophiles Ausgangsmaterial) und AEROSIL R 972 (unten)